

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-330223

(43) 公開日 平成10年(1998)12月15日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

F I

A 6 1 K 7/00

A 6 1 K 7/00

N

J

7/06

7/06

// A 6 1 K 7/025

7/025

7/031

7/031

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平9-157700

(22) 出願日

平成9年(1997)5月30日

(71) 出願人 000135324

株式会社ノエビア

兵庫県神戸市中央区港島中町6丁目13番地の1

(72) 発明者 長谷川 優子

滋賀県八日市市岡田町字野上112-1 株式会社ノエビア滋賀中央研究所内

(74) 代理人 竹井 増美

(54) 【発明の名称】 油中水型乳化化粧料

(57) 【要約】

【課題】 水を多量に含有しながら安定性が良好で、清涼感を有し、べたつきがなく、耐水性及び化粧持ちに優れ、コンパクト容器に収納可能な固形状とすることもできる油中水型の乳化化粧料を得る。

【解決手段】 (a) HLB値が8以下の、長鎖アルキル、ポリオキシアルキレン共変性オルガノポリシロキサンより選ばれる1種又は2種以上、(b) アルキル基を有するHLB値12以上のポリオキシアルキレン付加型非イオン性界面活性剤の1種又は2種以上、(c) シリコーン油、及び(d) 水、又はさらに(e) 陽イオン性界面活性剤の1種又は2種以上を含有させて、油中水型の乳化化粧料とする。水は30.0重量%以上含有させることが好ましい。均一で温度安定性に優れる乳化物が得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (a)HLB値が8以下の、長鎖アルキル、ポリオキシアルキレン共変性オルガノポリシロキサンより選ばれる1種又は2種以上、(b)アルキル基を有するHLB値12以上のポリオキシアルキレン付加型非イオン性界面活性剤の1種又は2種以上、(c)シリコーン油、及び(d)水を含有して成る、油中水型乳化化粧料。

【請求項2】 (a)HLB値が8以下の、長鎖アルキル、ポリオキシアルキレン共変性オルガノポリシロキサンより選ばれる1種又は2種以上、(b)アルキル基を有するHLB値12以上のポリオキシアルキレン付加型非イオン性界面活性剤の1種又は2種以上、(c)シリコーン油、(d)水、及び(e)陽イオン性界面活性剤の1種又は2種以上を含有して成る、油中水型乳化化粧料。

【請求項3】 水を30.0重量%以上含有することを特徴とする、請求項1又は請求項2に記載の油中水型乳化化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、水を多く含有して塗布時にひんやりとした清涼感を有し、べたつきもなく、且つ安定性及び化粧持ちに優れた油中水型の乳化化粧料に関し、さらに携帯に便利なコンパクト容器にて提供すべく、固形状とすることも可能な油中水型乳化化粧料に関する。さらに詳しくは、親油性の長鎖アルキル、ポリオキシアルキレン共変性オルガノポリシロキサン、親水性のアルキル基含有ポリオキシアルキレン付加型非イオン性界面活性剤、シリコーン油及び水を含有して成る油中水型乳化化粧料、又はさらに陽イオン性界面活性剤を含有して成る油中水型乳化化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】水中油型の乳化化粧料は、水を多量に含有し得るため独特の清涼感を有し、保湿性に優れ、自然な仕上がりが得られる等好ましい性質を多く有している。しかしながら再乳化しやすいため耐水性に欠け、汗により化粧崩れしやすいという欠点も有していた。また一般に流動性を有し、携帯に便利なコンパクト状の容器に収納して提供するには不向きであった。それゆえ、シリコーン樹脂等の皮膜形成剤を多量に含有させて耐水性を改良したり、レオラギーナとキサンタンガム及び／又はローカストビーンガムを併用したり（特開平4-279509）、寒天、ゼラチン、ケイ酸ナトリウムマグネシウム等の水溶性固化剤と、セルロース誘導体、アルギン酸ナトリウム、カラギーナン、キサンタンガムといった天然高分子やポリビニルアルコール、カルボキシビニルポリマー、ポリアクリル酸ナトリウムといった合成高分子などの水溶性粘結剤とを併用したりして（特開平5-178723）、かかる水中油型の乳化物を固形

状とする試みもなされている。

【0003】しかしながら上記の技術では、耐水性が得られても伸びが重くなって使用感が悪くなったり、固形状に際しても2種以上の水溶性粘結剤或いは固化剤を併用する必要があり、かかる水溶性粘結剤や固化剤の品質管理をはじめ、適度で安定な硬度を付与するため製造工程上の管理を強化する必要があった。また、水溶性粘結剤により外水相を固化させて得た水中油型乳化物は耐水性に劣り、さらに外水相より水分の蒸散を防ぐため、保存に際し容器の気密性を要するという問題もあった。

【0004】一方、油中水型の乳化化粧料は、皮膚への親和性、皮膚の柔軟性の維持、耐水性等の点で優れ、コンパクト状の容器に収納するため固形状とすることも容易であるが、清涼感に乏しく、またべたつきや油っぽさといった使用感上好ましくない性状をも有していた。そして、清涼感を付与するために内水相の含有量を高くする場合には、乳化物の保存安定性を確保するのが困難であった。また、使用時のべたつきを抑え、伸びの軽い使用感を得るため、揮発性のシリコーン油を含有させることも多いが、かかるシリコーン油は他の油性成分との相溶性が悪く、やはり安定な乳化状態を維持するのが困難であった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明においては、耐水性及び化粧持ちに優れ、水を多量に含有して清涼感を有し、しかも安定性が良好で、伸びもよく、べたつきのない使用感にも優れた油中水型の乳化化粧料を得ることを目的とした。

【0006】

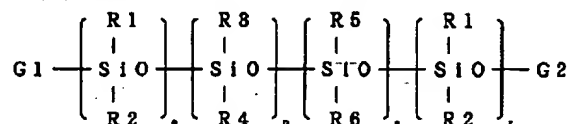
【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するため、内水相を多量に含有しながら安定な油中水型の乳化系の検討を行った。その結果、外油相にシリコーン油を含有させ、乳化剤として、親油性の長鎖アルキル、ポリオキシアルキレン共変性オルガノポリシロキサンと、アルキル基を有する親水性のポリオキシアルキレン付加型非イオン性界面活性剤とを併用して用いることにより、良好な安定性及び使用感を有する乳化系が得られること、さらに陽イオン性界面活性剤を加えることにより、一層乳化安定性と顔料分散性が向上することを見だし、本発明を完成するに至った。

【0007】すなわち本発明に係る油中水型乳化化粧料は、(a)HLB値が8以下の、長鎖アルキル、ポリオキシアルキレン共変性オルガノポリシロキサンより選ばれる1種又は2種以上、(b)アルキル基を有するHLB値12以上のポリオキシアルキレン付加型非イオン性界面活性剤の1種又は2種以上、(c)シリコーン油、及び(d)水、又はさらに(e)陽イオン性界面活性剤の1種又は2種以上を含有して成る。

【0008】

【発明の実施の形態】本発明に係る油中水型乳化化粧料

の構成成分のうち、(a)のHLB値が8以下の、長鎖アルキル、ポリオキシアルキレン共変性オルガノポリシ



〔式中、R1、R2、R3及びR5は炭素数1～5のアルキル基又はフェニル基、R4は炭素数8～30の長鎖アルキル基、R6は $-Q1-O-(C_2H_4O)_m-(C_3H_5O)_n$ 、 $-R7$ (Q1は炭素数1～5の2価の炭化水素基を示し、R7は水素、炭素数1～5のアルキル又はアセチル基、mは1以上の整数、nは0又は1以上の整数である)、G1及びG2は炭素数1～5のアルキル基、フェニル基又はR6、o、q、rは0又は1以上の整数、pは1以上の整数で、q≠0のとき、少なくともG1又はG2のいずれか一方はR6である。〕

R1～R7、Q1、G1及びG2の各基及びm、n、o、p、q、rは、この共変性オルガノポリシロキサンのHLB値が8以下となるように設定及び選択される。中でも特にHLB値が3～6のものが好ましい。これらとしては、たとえばABILEM90 (ゴールドシュミット社製) のように市販のものを用いることができ、1種又は2種以上を選択して用いる。油中水型乳化化粧料全量中の含有量としては、0.5～5.0重量%程度が適当である。

【0009】続いて本発明に係る油中水型乳化化粧料の構成成分(b)の、アルキル基を有するHLB値12以上のポリオキシアルキレン付加型非イオン性界面活性剤としては、ポリオキシエチレン(20E.0.)ソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレン(20E.0.)ソルビタンモノパルミテート、ポリオキシエチレン(20E.0.)ソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレン(20E.0.)ソルビタンモノオレエート、ポリオキシエチレン(80E.0.)ソルビタンモノオレエート、ポリオキシエチレン(20E.0.)ソルビタンモノイソステアレート、ポリオキシエチレン(20E.0.)ソルビタンヒマシ油脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン(20E.0.)ソルビタン硬化ヒマシ油脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン(20E.0.)ソルビタンオリブ油脂肪酸エステル等のポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレン(20E.0.)ソルビトールモノラウレート、ポリオキシエチレン(20E.0.)ソルビトールモノパルミテート、ポリオキシエチレン(60E.0.)ソルビトールテトラオレエート等のポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレン(10E.0.)グリセリルモノオレエート、ポリオキシエチレン(15E.0.)グリセリルモノオレエート、ポリオキシエチレン(20E.0.)グリセリルモノオレエート、ポリオキシエチレン(15E.0.)グリセリルモノステアレート、ポリオキシエチレン(20E.0.)グリセリルモノステアレート、ポリオキシエチレン(20E.0.)グリセリルモノイソステアレ

ロキサンは、次の一般式(1)により表される。

【化1】

ート等のグリセリン脂肪酸エステルの酸化エチレン誘導体、ポリオキシエチレン(30E.0.)プロピレングリコールモノステアレート等のプロピレングリコール脂肪酸エステルの酸化エチレン誘導体、ポリオキシエチレン(10E.0.)モノラウレート、ポリオキシエチレン(20E.0.)モノラウレート、ポリオキシエチレン(30E.0.)モノラウレート、ポリオキシエチレン(20E.0.)モノステアレート、ポリオキシエチレン(25E.0.)モノステアレート、ポリオキシエチレン(40E.0.)モノステアレート、ポリオキシエチレン(45E.0.)モノステアレート、ポリオキシエチレン(55E.0.)モノステアレート、ポリオキシエチレン(20E.0.)モノオレエート等のポリエチレングリコール脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレン(21E.0.)ラウリルエーテル、ポリオキシエチレン(25E.0.)ラウリルエーテル、ポリオキシエチレン(10E.0.)セチルエーテル、ポリオキシエチレン(15E.0.)セチルエーテル、ポリオキシエチレン(20E.0.)セチルエーテル、ポリオキシエチレン(25E.0.)セチルエーテル、ポリオキシエチレン(30E.0.)セチルエーテル、ポリオキシエチレン(40E.0.)セチルエーテル、ポリオキシエチレン(15E.0.)ステアリルエーテル、ポリオキシエチレン(20E.0.)ステアリルエーテル、ポリオキシエチレン(10E.0.)オレイルエーテル、ポリオキシエチレン(15E.0.)オレイルエーテル、ポリオキシエチレン(20E.0.)オレイルエーテル、ポリオキシエチレン(50E.0.)オレイルエーテル、ポリオキシエチレン(20E.0.)ベヘニルエーテル、ポリオキシエチレン(30E.0.)ベヘニルエーテル、ポリオキシエチレン(30E.0.)ヘキシルドデシルエーテル等のポリオキシエチレンアルキルエーテル類、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンセチルエーテル等のポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテル類、ポリオキシエチレン(7.5E.0.)ノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン(10E.0.)ノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン(15E.0.)ノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン(18E.0.)ノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン(20E.0.)ノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン(15E.0.)オクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン(30E.0.)オクチルフェニルエーテル等のポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル類、ポリオキシエチレン(40E.0.)ヒマシ油、ポリオキシエチレン(50E.0.)ヒマシ油、ポリオキシエチレン(60E.0.)ヒマシ油、ポリオキシエチレン(40E.0.)硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレン(50E.0.)硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレン(60E.0.)硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレン(80E.0.)硬化ヒマシ油、ポリオキシエ

チレン(100E.0.)硬化ヒマシ油等のポリオキシエチレンヒマシ油又は硬化ヒマシ油誘導体、ポリオキシエチレン(10E.0.)メチルグルコシド、ポリオキシエチレン(20E.0.)メチルグルコシド、ポリオキシエチレン(10E.0.)ポリオキシプロピレン(10P.0.)メチルグルコシド等のポリオキシアルキレン付加アルキルグルコシド類等が例示され、これらより1種又は2種以上を選択して用いる。これらの中でも、特にグリセリン脂肪酸エステル誘導体の酸化アルキレン誘導体が好ましい。油中水型乳化化粧料全量中の含有量としては、0.1~2.0重量%程度が適当である。

【0010】また、本発明に係る油中水型乳化化粧料の構成成分(c)であるシリコン油としては、べたつきのないさっぱりした使用感を付与するには低粘度の揮発性シリコン油が好ましく、たとえばオクタメチルトリシロキサン、デカメチルトetraシロキサン、ドデカメチルペンタシロキサン等の低重合度のメチルポリシロキサン、低重合度のメチルヒドロジェンポリシロキサン、低重合度のメチルフェニルポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン等の環状メチルシロキサンなどが例示され、これらより1種又は2種以上を選択して用いる。さらに前記の他に、トリメチルシロキシケイ酸等のシリコン系皮膜形成剤も用いられる。油中水型乳化化粧料全量中の含有量としては、10.0~40.0重量%程度が適当である。

【0011】また、本発明に係る油中水型乳化化粧料の構成成分(d)である水は、清涼感を付与するには乳化化粧料全量に対し30.0重量%以上含有させるのが好ましい。

【0012】本発明に係る油中水型乳化化粧料において、さらに含有させ得る構成成分である(e)の陽イオン性界面活性剤としては、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ジステアリルジメチルアンモニウム、塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウム等の第4級アンモニウム塩類、N-ヤシ油脂肪酸シル-アルギニンエチルエステルDL-ピロリドンカルボン酸塩等のN-長鎖アルシル塩基性アミノ酸誘導体類などが例示され、これらより1種又は2種以上を選択して用いる。特に、N-長鎖アルシル塩基性アミノ酸誘導体類が、皮膚や眼粘膜に対する低刺激性と抗菌活性を併せ持つことから好ましい。

油中水型乳化化粧料全量中の含有量としては、0.05~1.0重量%程度が適当である。

【0013】さらに本発明に係る油中水型乳化化粧料においては、本発明の特徴を損なわない範囲で、植物油脂類、動物油脂類、ロウ類、炭化水素油類、エステル類、高級アルコール類、高級脂肪酸類、低級アルコール、多価アルコール、保湿剤、紫外線吸収剤、抗酸化剤、抗炎症剤、防腐剤、香料、顔料、色素等、一般的に化粧料用として用いられる原料や成分を含有させることができる。

【0014】なお、本発明に係る油中水型乳化化粧料は、皮膚用乳液、皮膚用クリーム等のスキンケア化粧料、メイクアップベースローション、メイクアップベースクリーム、ファンデーション、アイカラー、チークカラー、リップカラー等のメイクアップ化粧料、ボディローション、ハンドクリーム、レッグクリーム等の身体用化粧料、ヘアミルク、ヘアクリーム等の毛髪用化粧料などとして提供することができる。本発明に係る油中水型乳化化粧料においては、乳化物を固形状とすることもできるので、特に、ファンデーション、アイカラー、チークカラー、リップカラー等のメイクアップ化粧料において、これらを固形状として、コンパクト状の容器に収納して提供することができる。

【0015】

【実施例】さらに本発明の特徴について、実施例により詳細に説明する。

【0016】まず、本発明に係る油中水型乳化化粧料として、皮膚用クリームとして用いられる実施例1及び実施例2の処方、比較例1~比較例4の処方とともに表1に示す。これらは表1中、(1)~(5)の油相成分を均一に混合、加熱溶解して75℃とし、これにあらかじめ混合、加熱溶解し、75℃とした(6)~(9)の水相成分を攪拌しながら徐々に添加して乳化し、次いで冷却して調製する。なお、(5)のセチル、ポリオキシアルキレン共変性メチルポリシロキサンとしては、ABILEM90の商品名でゴールドシュミット社から販売されている、メチルポリシロキサン・セチルメチルポリシロキサン・ポリ(オキシエチレン・オキシプロピレン)メチルポリシロキサン共重合体(HLB値=4.5)を用いた。

【表1】

| 成 分 | 実施例 | | 比較例 | | | |
|--|-------|------|-------|------|------|------|
| | 1 | 2 | 1 | 2 | 3 | 4 |
| 1 セレシン | 8.0 | 8.0 | 8.0 | 8.0 | 8.0 | 8.0 |
| 2 ジメチルポリシロキサン | 20.0 | 20.0 | 20.0 | 20.0 | 20.0 | 20.0 |
| 3 デカメチルシクロペンタシロキサン | 20.0 | 20.0 | 20.0 | 20.0 | 20.0 | 20.0 |
| 4 オクタメチルシクロテトラシロキサン | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 |
| 5 セチル、ポリオキシアルキレン共変性メチルポリシロキサン | 2.0 | 2.0 | 2.5 | 2.0 | 2.0 | 2.0 |
| 6 1,3-ブチレングリコール | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 |
| 7 パラオキシ安息香酸メチル | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 |
| 8 ポリオキシエチレン(20E.O.) グリセリルモノステアレート ポリオキシエチレン(20E.O.) グリセリルモノイソステアレート ポリオキシエチレン(5E.O.) グリセリルモノイソステアレート ポリオキシエチレン(10E.O.) グリセリルモノイソステアレート N-ステアロイルグルタミン酸 ナトリウム | 0.5 | | | | | |
| 9 精製水 | 44.4 | 44.4 | 44.4 | 44.4 | 44.4 | 44.4 |
| 全量(重量%) | 100.0 | | 100.0 | | | |

【0017】表1に示した実施例及び比較例について、エマルジョン粒子の状態を顕微鏡により観察し、さらに温度安定性の評価を行った。温度安定性は、実施例及び比較例のそれぞれを-5℃、25℃及び40℃の各温度で3カ月間保存した場合、40℃から-10℃の範囲で一定の周期で温度を変化させながら保存した場合、及び凍結融解を繰り返した場合の状態の変化を観察して評価した。評価結果は、エマルジョン粒子の状態については、「○；粒径が小さく均一」、「△；粒径がやや大き

いが比較的均一」、「×；粒径及び形状が不均一」、温度安定性については、「○；状態の変化を認めない」、「△；離水、離油等含有成分の分離や析出などの状態変化がわずかに認められる」、「×；離水、離油等含有成分の分離や析出などの状態変化が明確に認められる」として表し、表2にまとめて示した。

【0018】

【表2】

| 試 料 | エマルジョン 粒子の状態 | 温 度 安 定 性 | | | | |
|------|-----------------|-----------|-----|-----|----------|------|
| | | -5℃ | 25℃ | 40℃ | -10℃～40℃ | 凍結融解 |
| 実施例1 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例2 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 比較例1 | △ | × | × | × | × | × |
| 比較例2 | △ | × | ○ | × | × | × |
| 比較例3 | △ | △ | ○ | ○ | △ | ○ |
| 比較例4 | △ | × | △ | × | × | × |

表2において明らかなように、本発明の実施例1及び実施例2では均一で粒子の細かいエマルジョンが得られており、温度安定性についても良好な結果が得られていた。これに対し、親水性の非イオン性界面活性剤を含有せず、セチル、ポリオキシアルキレン共変性メチルポリシロキサンのみで乳化した比較例1、セチル、ポリオキシアルキレン共変性メチルポリシロキサンと併用する親水性の非イオン性界面活性剤のHLB値がそれぞれ7及

び10である比較例2、比較例3、及び陰イオン性界面活性剤を併用した比較例4では、得られるエマルジョンの粒子はやや大きくなっており、比較例1、比較例2及び比較例4の温度安定性は悪く、比較例3についても-5℃保存及び-10℃～40℃で温度変化をさせながら保存した場合の安定性がやや悪くなっていた。

【0019】続いて本発明の他の実施例の処方を示す。

【0020】

【実施例3】 エモリエントローション

- | | |
|---|-----------|
| (1) マイクロクリスタリンワックス | 1.0 (重量%) |
| (2) ミツロウ | 2.0 |
| (3) ラノリン | 2.0 |
| (4) ドデカメチルペンタシロキサン | 20.0 |
| (5) オクタメチルシクロテトラシロキサン | 10.0 |
| (6) セチルメチルポリシロキサン・ポリオキシエチレンメチルポリシロキサン共重合体 | 2.0 |
| (7) プロピレングリコール | 7.0 |

| | |
|--------------------------------------|-------|
| (8)パラオキシ安息香酸メチル | 0.1 |
| (9)ポリオキシエチレン(20E.O.)ソルビタン モノオレエート | 1.0 |
| (10)精製水 | -54.8 |
| (11)香料 | 0.1 |

製法：(1)～(6)の油相成分を混合、加熱融解して75℃とする。一方、(7)～(10)の水相成分を混合、加熱溶解し、75℃とする。この水相成分を前記油相成分に添加し、ホモミキサーにて乳化した後冷却し、40℃にて(11)を添加、混合し、容器に充填する。

【0021】

〔実施例4〕メイクアップベースクリーム

| | |
|--|-----------|
| (1)ミツロウ | 2.5 (重量%) |
| (2)メチルフェニルポリシロキサン | 10.0 |
| (3)デカメチルシクロペンタシロキサン | 25.0 |
| (4)ステアリルメチルポリシロキサン・ポリオキシ エチレンメチルポリシロキサン共重合体 | 1.5 |
| (5)グリセリン | 6.0 |
| (6)パラオキシ安息香酸メチル | 0.1 |
| (7)ポリオキシエチレン(30E.O.)グリセリル モノステアレート | 0.3 |
| (8)精製水 | 53.0 |
| (9)酸化チタン | 1.0 |
| (10)ベンガラ | 0.1 |
| (11)黄酸化鉄 | 0.4 |
| (12)香料 | 0.1 |

製法：(1)～(4)の油相成分を混合、加熱融解し、均一に混合した後75℃とする。一方、(5)～(8)の水相成分を混合、加熱溶解し、これに(9)～(11)の顔料を添加してホモミキサーにて均一に分散させ、75℃とする。この

水相成分を前記油相成分に添加し、ホモミキサーにて乳化した後冷却し、40℃にて(12)を添加、混合し、容器に充填する。

【0022】

〔実施例5〕乳化ファンデーション

| | |
|--|-----------|
| (1)キャンデリラロウ | 4.5 (重量%) |
| (2)トリメチルシロキシケイ酸 | 5.0 |
| (3)デカメチルシクロペンタシロキサン | 20.5 |
| (4)メチルポリシロキサン・セチルメチル ポリシロキサン・ポリ(オキシエチレン・ オキシプロピレン)メチルポリシロキサン 共重合体 | 2.0 |
| (5)1,3-ブチレングリコール | 5.0 |
| (6)ポリオキシエチレン(20E.O.)グリセリル モノイソステアレート | 0.5 |
| (7)N-キシ油脂肪酸アシル-L-アルギニンエチル エステルDL-ピロリドンカルボン酸塩 | 0.3 |
| (8)精製水 | 36.2 |
| (9)シリコーン処理酸化チタン | 12.0 |
| (10)シリコーン処理タルク | 10.0 |
| (11)シリコーン処理ベンガラ | 1.1 |
| (12)シリコーン処理黄酸化鉄 | 2.6 |
| (13)シリコーン処理黒酸化鉄 | 0.2 |
| (14)香料 | 0.1 |

製法：(1)～(4)の油相成分を混合、加熱融解し、これに(9)～(13)の顔料を添加してホモミキサーにて均一に分散させた後75℃とする。一方、(5)～(8)の水相成分を

混合、加熱溶解して75℃とする。この水相成分を前記油相成分に添加し、ホモミキサーにて乳化した後冷却し、60℃にて(14)を添加、混合し、コンパクト容器に

充填してさらに冷却固化する。

【0023】

〔実施例6〕 乳化アイカラー

| | |
|--|-----------|
| (1)キャンデリラロウ | 2.5 (重量%) |
| (2)カルナウバロウ | 2.0 |
| (3)トリメチルシロキシケイ酸 | 5.0 |
| (4)デカメチルシクロペンタシロキサン | 20.0 |
| (5)メチルポリシロキサン・ベヘニルメチル ポリシロキサン・ポリオキシエチレン メチルポリシロキサン共重合体 | 2.2 |
| (6)プロピレングリコール | 6.0 |
| (7)ポリオキシエチレン(20E.O.)グリセリル モノイソパルミテート | 1.0 |
| (8)N-ステアロイルL-リジンエチルエステル DL-ピロリドンカルボン酸塩 | 0.2 |
| (9)精製水 | 36.0 |
| (10)シリコーン処理酸化チタン | 5.0 |
| (11)シリコーン処理タルク | 5.0 |
| (12)シリコーン処理群青 | 15.0 |
| (13)香料 | 0.1 |

製法：(1)～(5)の油相成分を混合、加熱融解し、これに(10)～(12)の顔料を添加してホモミキサーにて均一分散させた後75℃とする。一方、(6)～(9)の水相成分を混合、加熱溶解して75℃とする。この水相成分を前記

油相成分に添加し、ホモミキサーにて乳化した後冷却し、60℃にて(13)を添加、混合し、コンパクト容器に充填してさらに冷却固化する。

【0024】

〔実施例7〕 乳化チークカラー

| | |
|---|-----------|
| (1)キャンデリラロウ | 3.5 (重量%) |
| (2)マイクロクリスタリンワックス | 2.0 |
| (3)トリメチルシロキシケイ酸 | 5.0 |
| (4)オクタメチルシクロテトラシロキサン | 23.0 |
| (5)メチルポリシロキサン・セチルメチルポリ シロキサン・ステアリルメチルポリシロキサン・ ポリオキシエチレンメチルポリシロキサン共重合体 | 2.5 |
| (6)グリセリン | 5.5 |
| (7)バラオキシ安息香酸メチル | 0.1 |
| (8)ポリオキシエチレン(20E.O.)グリセリル モノパルミテート | 0.6 |
| (9)ポリオキシエチレン(20E.O.)グリセリル モノイソステアレート | 0.6 |
| (10)精製水 | 41.1 |
| (11)シリコーン処理酸化チタン | 3.0 |
| (12)シリコーン処理タルク | 5.0 |
| (13)シリコーン処理カオリン | 5.0 |
| (14)シリコーン処理黄酸化鉄 | 2.3 |
| (15)赤色226号 | 0.6 |
| (16)香料 | 0.2 |

製法：(1)～(5)の油相成分を混合、加熱融解し、これに(11)～(15)の顔料を添加してホモミキサーにて均一分散させた後75℃とする。一方、(6)～(10)の水相成分を混合、加熱溶解して75℃とする。この水相成分を前

記油相成分に添加し、ホモミキサーにて乳化した後冷却し、60℃にて(16)を添加、混合し、コンパクト容器に充填してさらに冷却固化する。

【0025】

〔実施例8〕 乳化リップカラー

| | |
|-------------|-----------|
| (1)キャンデリラロウ | 3.0 (重量%) |
|-------------|-----------|

| | |
|---|------|
| (2) カルナウバロウ | 2.0 |
| (3) セレシン | 0.2 |
| (4) デカメチルシクロペンタシロキサン | 23.5 |
| (5) メチルポリシロキサン・セチルメチル ポリシロキサン・ポリ(オキシエチレン・ オキシプロピレン)メチルポリシロキサン 共重合体 | 2.0 |
| (6) メチルポリシロキサン・パルミチルメチル ポリシロキサン・ポリオキシエチレンメチル ポリシロキサン共重合体 | 1.0 |
| (7) グリセリン | 5.0 |
| (8) 1,3-ブチレングリコール | 3.0 |
| (9) パラオキシ安息香酸メチル | 0.1 |
| (10) ポリオキシエチレン(25E.O.)グリセリル モノイソステアレート | 0.5 |
| (11) 精製水 | 54.5 |
| (12) 酸化チタン | 1.0 |
| (13) 赤色201号 | 1.0 |
| (14) 赤色202号 | 2.0 |
| (15) 黄色4号アルミニウムレーキ | 1.0 |
| (16) 赤色223号 | 0.1 |
| (17) 香料 | 0.1 |

製法：(1)～(6)の油相成分を混合、加熱融解し、75℃とする。一方、(7)～(11)の水相成分を混合、加熱溶解し、これに(12)～(16)の顔料を添加してホモミキサーにて均一に分散させた後、75℃とする。この水相成分を

前記油相成分に添加し、ホモミキサーにて乳化した後冷却し、60℃にて(17)を添加、混合し、コンパクト容器に充填してさらに冷却固化する。

【0026】

【実施例9】 ヘアークリーム

| | |
|---|-----------|
| (1) ミツロウ | 2.0 (重量%) |
| (2) ワセリン | 15.0 |
| (3) ジメチルポリシロキサン | 15.0 |
| (4) メチルフェニルポリシロキサン | 5.0 |
| (5) メチルポリシロキサン・セチルメチル ポリシロキサン・ポリ(オキシエチレン・ オキシプロピレン)メチルポリシロキサン 共重合体 | 2.0 |
| (6) グリセリン | 5.0 |
| (7) パラオキシ安息香酸メチル | 0.1 |
| (8) ポリオキシエチレン(60E.O.)硬化ヒマシ油 | 1.0 |
| (9) 精製水 | 54.7 |
| (10) 香料 | 0.2 |

製法：(1)～(5)の油相成分を混合、加熱融解して75℃とする。一方、(6)～(9)の水相成分を混合、加熱し、75℃とする。この水相を前記油相に攪拌しながら添加してホモミキサーにて乳化し、冷却後40℃にて(10)を添加、混合し、容器に充填する。

マルション粒子の状態及び温度安定性の評価を上記と同様に行い、また使用時の伸び、清涼感、べたつき感、耐水性及び化粧持ちについて官能評価を行った。その際、表3に示す比較例についても、同時に評価を行った。

【表3】

【0027】本発明の実施例3～実施例9について、エ

| 比較例 | 比較対象実施例 | 代 替 点 |
|-----|---------|--|
| 5 | 8 | セチルメチルポリシロキサン・ポリオキシエチレンメチルポリシロキサン共重合体をソルビタンセスキオレートに代替 |
| 6 | 4 | ポリオキシエチレン(90E.0.)グリセリルモノステアレートステアリルメチルポリシロキサン・ポリオキシエチレンメチルポリシロキサン共重合体に代替 |
| 7 | 5 | メチルポリシロキサン・セチルメチルポリシロキサン・ポリ(オキシエチレン・オキシプロピレン)メチルポリシロキサン共重合体をポリオキシエチレン(20E.0.)グリセリルモノイソステアレートに代替し、現状シリコーンをすべてスクワランに代替し、水中油型乳化物とする |
| 8 | 6 | ポリオキシエチレン(20E.0.)グリセリルモノイソバルミテートを精製水で代替 |
| 9 | 7 | メチルポリシロキサン・セチルメチルポリシロキサン・ステアリルメチルポリシロキサン・ポリオキシエチレンメチルポリシロキサン共重合体をポリオキシエチレン(20E.0.)グリセリルモノイソステアレートに代替して、水中油型とする |
| 10 | 8 | ポリオキシエチレン(25E.0.)グリセリルモノイソステアレートをメチルポリシロキサン・セチルメチルポリシロキサン・ポリ(オキシエチレン・オキシプロピレン)メチルポリシロキサン共重合体に代替 |
| 11 | 8 | 界面活性剤をグリセリルモノステアレートに代替し、シリコーン油を流動パラフィンに代替 |

【0028】官能評価は、20才～50才代の女性パネラー20名を1群として、各群に実施例及び比較例のそれぞれをブラインドにて使用させ、各項目について表4に示す評価基準に従って評価させて点数化し、各群の平均値を求めた。耐水性については、前腕内側部に試料を塗布させ、水中に5分間浸した後評価させた。

【0029】

【表5】

【表4】

| 評価項目 | 評 価 | 評価点 |
|-------|-----------|-----|
| 伸び | 良い | 5 |
| | やや良い | 4 |
| | 普通 | 3 |
| | やや悪い | 2 |
| | 悪い | 1 |
| 清涼感 | ある | 5 |
| | ややある | 4 |
| | どちらともいえない | 3 |
| | ややない | 2 |
| | ない | 1 |
| べたつき感 | ない | 5 |
| | ややない | 4 |
| | どちらともいえない | 3 |
| | ややある | 2 |
| | ある | 1 |
| 耐水性 | 高い | 5 |
| | やや高い | 4 |
| | 普通 | 3 |
| | やや低い | 2 |
| | 低い | 1 |
| 化粧持ち | 良い | 5 |
| | やや良い | 4 |
| | 普通 | 3 |
| | やや悪い | 2 |
| | 悪い | 1 |

| 試料 | エマルジョン 粒子の状態 | 温度安定性 | | | | |
|-------|-----------------|-------|-----|-----|----------|------|
| | | -5℃ | 25℃ | 40℃ | -10℃~40℃ | 凍結融解 |
| 実施例3 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例4 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例5 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例6 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例7 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例8 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 実施例9 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 比較例5 | × | × | × | × | × | × |
| 比較例6 | △ | × | × | × | × | × |
| 比較例7 | ○ | △ | ○ | ○ | △ | △ |
| 比較例8 | △ | △ | ○ | △ | × | △ |
| 比較例9 | × | × | × | × | × | × |
| 比較例10 | △ | × | × | × | × | × |
| 比較例11 | ○ | △ | △ | × | × | △ |

エマルジョン粒子の状態及び温度安定性についての評価結果を表5に示した。本発明の実施例3～実施例9では、粒径の細かい均一なエマルジョンが得られており、良好な温度安定性を示していた。これに対し、親油性界面活性剤として、長鎖アルキル、ポリオキシアルキレン共変性オルガノポリシロキサンを用いずに、ソルビタン脂肪酸エステルを用いた比較例5と、親水性の界面活性剤のみで水中油型の乳化物とした比較例9では、シリコーン油を良好に乳化することができず、均一なエマルジョンは得られなかった。また、温度安定性も悪かった。長鎖アルキル、ポリオキシアルキレン共変性オルガノポリシロキサンのみにより乳化した比較例6と比較例10では、得られるエマルジョンはやや不均一で、温度安定性が悪く、長鎖アルキル、ポリオキシアルキレン共変性オルガノポリシロキサンと陽イオン性界面活性剤で乳化した比較例8でも、得られるエマルジョンはやや不均一で、40℃での保存安定性及び温度変化に対する安定性が悪くなっていた。シリコーン油をスクワランに代替し、親水性界面活性剤と陽イオン性界面活性剤により水中油型乳化物とした比較例7では良好なエマルジョンが得られていたが、温度変化及び凍結融解に対する安定性が若干悪くなっていた。シリコーン油を流動パラフィンに代替し、一般的な親油性界面活性剤であるグリセリルモノステアレートにより乳化した比較例11でも、良好なエマルジョンが得られたが、温度安定性は良くなかった。

【0030】

【表6】

| 試料 | 伸び | 清涼感 | べたつき感 | 耐水性 | 化粧持ち |
|-------|------|------|-------|------|------|
| 実施例3 | 4.90 | 4.95 | 4.90 | 4.80 | 4.70 |
| 実施例4 | 4.80 | 4.90 | 4.85 | 4.75 | 4.80 |
| 実施例5 | 4.70 | 4.70 | 4.75 | 4.90 | 4.90 |
| 実施例6 | 4.75 | 4.70 | 4.70 | 4.90 | 4.85 |
| 実施例7 | 4.75 | 4.80 | 4.75 | 4.85 | 4.85 |
| 実施例8 | 4.70 | 4.90 | 4.80 | 4.70 | 4.75 |
| 実施例9 | 4.70 | 4.85 | 4.75 | 4.80 | 4.80 |
| 比較例5 | 3.55 | 4.60 | 3.95 | 2.90 | 3.15 |
| 比較例6 | 4.75 | 4.85 | 4.70 | 4.75 | 4.70 |
| 比較例7 | 4.80 | 4.85 | 4.80 | 1.15 | 1.30 |
| 比較例8 | 4.70 | 4.65 | 4.75 | 4.75 | 4.75 |
| 比較例9 | 4.60 | 4.75 | 4.80 | 2.25 | 2.20 |
| 比較例10 | 4.65 | 4.80 | 4.65 | 4.70 | 4.75 |
| 比較例11 | 3.55 | 2.45 | 1.20 | 4.45 | 4.55 |

使用時の伸び等についての官能評価結果を表6に示した。本発明の実施例3～実施例9においては、いずれの項目についても高い評価が得られていた。これに対し、シリコーン油をスクワランに代替し、親水性界面活性剤及び陽イオン性界面活性剤により水中油型乳化物とした比較例7では、耐水性及び化粧持ちについての評価が非常に悪く、シリコーン油を含有する水中油型乳化物である比較例9でも、耐水性と化粧持ちについての評価がやや悪くなっていた。一方、一般的な親油性界面活性剤と親水性界面活性剤により油中水型乳化物とした比較例5では、乳化状態の悪さを反映してか、実施例3に比べ各項目についての評価が悪く、シリコーン油を流動パラフィンに代替し、油中水型乳化物とした比較例11では、清涼感についての評価がやや悪くなっており、顕著なべたつき感が認められていた。

【0031】なお本発明の実施例4～実施例8では、良好な顔料分散性が認められ、顔料成分の凝集や析出は認められなかった。さらに、本発明の実施例3～実施例9の各使用群において、皮膚刺激性反応や皮膚感作性反応を示したパネラーは見られなかった。

【0032】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明により、良好な伸びと清涼感を有し、べたつきもなく、さらに安定性、耐水性及び化粧持ちに優れる油中水型の乳化化粧料を得ることができた。また、本発明に係る油中水型の乳化化粧料は、水を多量に含有しながら固形状とすること

もできるため、通常のコンパクト容器に収納して提供するのにも適していた。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

識別記号

F I

A 6 1 K 7/032
7/035

A 6 1 K 7/032
7/035

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

12 ☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☒ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.